

**СОЗДАНИЕ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ ПРЕДПРИЯТИЯ ДЛЯ ОЦЕНКИ ПРАВИЛЬНОСТИ
ПРОВЕДЕНИЯ СПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА ВОЛОС**

А.В. Обухова, С.А. Ондар, М.В. Омельченко

Научный руководитель: профессор, д.т.н. В.И. Отмахов

Национальный исследовательский Томский государственный университет,

Россия, г. Томск, пр. Ленина, 36, 634050

E-mail: nastyuffka201095@gmail.com

**DEVELOPING REFERENCE MATERIAL FOR VALIDATION OF HAIR SPECTRAL ANALYSIS
RELIABILITY**

A.V. Obukhova, S.A. Ondar, M.V. Omelchenko

Scientific Supervisor: Prof., Dr. V.I. Otmakhov

Tomsk State University, Russia, Tomsk, Lenin str., 36, 634050

E-mail: nastyuffka201095@gmail.com

Abstract. Mineral analysis of human hair is increasingly proposed as a estimation method for the human contamination with environmental mineral pollutants and even as a diagnostic tool for related health problems. It offers a good way of investigating long-term variation in trace element concentration. Many minor and trace elements can be determined in hair samples with good precision and sensitivity by a variety of analytical techniques. An important requirement in such work is the application of suitable analytical quality control, for which the availability of a hair reference material is important. In paper the preparation of the human hair reference material and the initial stages which were taken to confirm its certification are described.

Введение. Важная роль отводится в аналитическом контроле стандартным образцам, которая обусловлена их метрологическими функциями. Стандартные образцы (СО) необходимы для обеспечения единства измерений: поверки, калибровки средств измерений, контроля характеристик погрешности методики измерений, контроль точности результатов аналитических измерений [1]. Близкий по составу стандарт единственное средство контроля точности получаемых результатов. Волосы как объект исследования является сложным, многокомпонентным биологическим материалом. Анализ волос представляет большой интерес для своевременной диагностики ряда болезней и контроля за эффективностью предпринятого лечения. Именно поэтому актуальность приобретает создание СО волос человека.

Цель настоящей работы. Создание стандартного образца предприятия для проведения оперативного и статистического контроля достоверности выполнения спектрального анализа волос в аккредитованной лаборатории мониторинга окружающей среды.

Методы исследования. Материал стандартного образца предприятия получен из сбора волос, предоставленных женщинами и мужчинами города Томска. Собранные образцы озолялись в муфельной печи при постепенном нагреве от 20 до 450–500 °С до постоянной массы, а также гомогенизировались путем многократного перемешивания в кварцевой ступке при добавлении нескольких капель спирта. Качественный и количественный фазовый состав определяли с помощью рентгеновского дифрактометра Rigaku (Япония) «MiniFlex 600», анионный состава с помощью метода ИК–спектроскопии с

использованием Фурье спектрометра «Nicolet 6700». Количественное определение аттестованного значения стандартного образца осуществляли методом дуговой атомно-эмиссионной спектроскопии с многоканальным анализатором эмиссионных спектров (ДАЭС с МАЭС) с использованием спектрального комплекса «Гранд» (НПО «Оптоэлектроника», Россия) и с помощью масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой с использованием прибора Agilent 7500CX (Agilent Technologies, США).

Результаты.

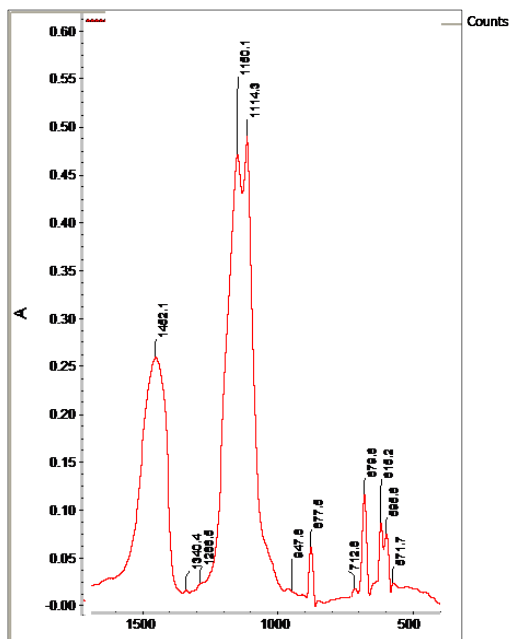


Рис 1. ИК-спектры поглощения СО золы волос

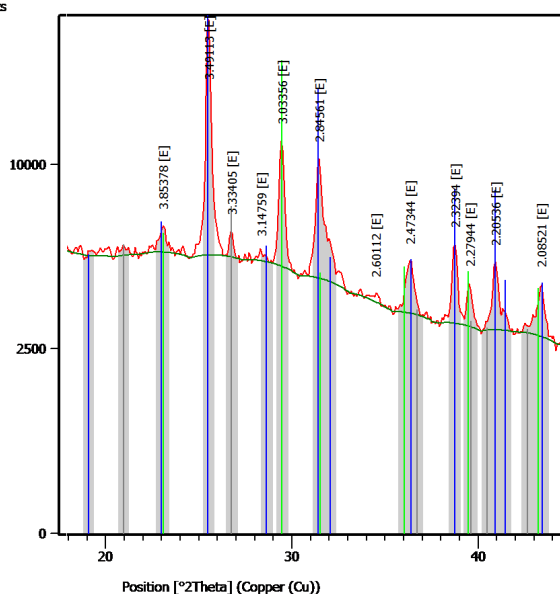


Рис 2. Рентгенограмма СО золы волос:
ангидрит CaSO_4 (3,49₁₀; 2,84₄; 2,32₂; 2,20₂),
кальцит CaCO_3 (3,03₁₀; 2,49₂; 2,28₂; 2,09₂; 1,90₂;
1,87₂), кварц SiO_2 (3,34₁₀; 4,23₄; 1,81₂)

Из рисунка 1. видно, что основная полоса поглощения лежит в интервале 1450–1410 cm^{-1} и принадлежит карбонат-анионам, им также соответствуют полосы поглощения 878 cm^{-1} и 712 cm^{-1} . Для ИК-спектров золы волос характерны полосы сульфатов – 1114,3 cm^{-1} , , 679,8 cm^{-1} , 618,2 cm^{-1} , 595,6 cm^{-1} ; кварца – 1180,1 cm^{-1} . Анализ ИК-спектров был проведен с использованием литературных данных, находится в соответствии с полученными выше данными. Полосы поглощения 1100–1000 cm^{-1} возможно перекрываются и принадлежат сульфат-ионам и кварцу. Таким образом, можно предположить, что основа зольного остатка волос представляет собой карбонат и сульфат кальция с примесями кварца. В этом же виде, предположительно, находятся все остальные элементы.

Рентгенофазовый анализ [2] исследуемого стандарта показал, что соединениями входящие в его состав являются ангидрит CaSO_4 – 65%, кальцит CaCO_3 – 29%, кварц SiO_2 – 6% (Рис 2.).

Для установления аттестованных значений СО на предварительном этапе его аттестации использованы результаты межлабораторных сличительных испытаний (МСИ). Результаты МСИ проведенные методами дуговой атомно-эмиссионной спектроскопии и масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой представлены в (таблице 1), на примере некоторых элементов кальция,

цинка, меди и фосфора. Анализ проводился по следующим аттестованным методикам: МУ 08-47/380 «Методика (метод) измерений массовой концентрации элементов в пробах волос методом атомно-эмиссионного анализа с дуговым возбуждением спектра» и МУК 4.1.1482—03 МУК 4.1.1483—03. «Определение химических элементов в биологических средах и препаратах методами атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой и масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой».

Таблица 1

Результаты межлабораторных сравнительных испытаний СО золы волос

Элемент	Содержание, мкг/г		$F_{\text{эксп}}$	$F_{\text{таб}}$	$t_{\text{эксп}}$	$t_{\text{таб}}$
	ДАЭС	МС с ИСП				
Кальций (Ca)	2986	3032	5,81	8,47	0,78	2,23
	2986	3103				
	3186	3143				
	3226	3149				
	3386	3603				
	3586	4490				
Цинк (Zn)	166	151	5,56	6,39	3,12	3,35
	178	156				
	210	158				
	210	170				
	230	178				
	250	273				
Медь (Cu)	4,2	4,9	4,61	9,28	2,89	3,71
	4,4	5,0				
	4,8	5,1				
	5,0	5,3				
Фосфор (P)	134	162	1,48	6,39	2,86	3,36
	138	163				
	139	175				
	166	180				
	166	210				

Результаты, полученные методом ДАЭС в сравнении с МС с ИСП по определению цинка ($P=0,99$), кальция ($P=0,95$), меди, фосфора ($P=0,975$) следует считать правильными.

Вывод. Получены предварительные данные по оценке аттестованного значения стандартных образцов для достоверности проведения спектрального анализа волос.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- ГОСТ 32934-2014. Стандартные образцы. Термины и определения, используемые в области стандартных образцов. – Введ. 2016–01–01. – М.: Стандартинформ, 2015. – 11 с.
- Кузнецова, С. А. Основы рентгенофазового анализа: методические указания / С. А. Кузнецова, В. А. Батырева. – Томск: Том. гос. ун-т, 2006. – 25 с.